

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-086223

(43)Date of publication of application : 11.04.1991

(51)Int.Cl.

B01F 7/02
B29B 7/48
B29B 7/84
C08G 85/00

(21)Application number : 01-221506

(22)Date of filing : 30.08.1989

(71)Applicant : HITACHI LTD

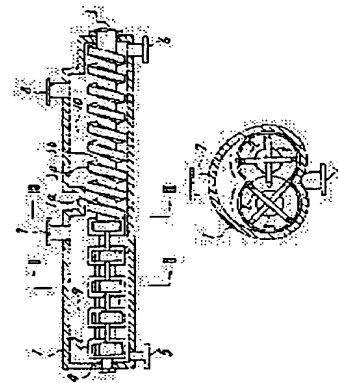
(72)Inventor : ODA CHIKAO
NAKAMOTO HIDEKAZU
NAKAZATO NORIO
KINOSHITA TAKATOSHI
IHARA KAZUO

(54) DEVICE FOR CONTINUOUSLY TREATING HIGH VISCOSITY MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To carry out treatment in a specified retention time by fixing a grided impeller on the inlet side where viscosity is relatively low to promote the deaeration of a volatile, etc., accelerating a polymerization reaction at the same time and moving the obtained high-viscosity liq. to a screw part.

CONSTITUTION: Two rotary impellers 2 are provided in a hollow cylindrical vessel 1 having a liq. inlet 5 on one end and a liq. outlet 6 on the other end in its longitudinal direction. Two impellers 2 obtained by connecting plural grided frame is formed on the inlet 5 side and held so that the tip of one of the paralleled frames passes close to the center of rotation of the other impeller. Meanwhile, a screw 3 having a spiral blade is fixed on the outlet 6 side of the impeller 2, the tip 3a of one spiral blade is held close to the groove 3b of the other screw 3, and both screws are rotated while being engaged with each other. Furthermore, outlet nozzles 7 and 8 for the volatile are provided above the impeller 2 and the screw 3. Consequently, a liq. with the viscosity changing from high to low is treated in a specified retention time.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

⑤ Int. Cl.⁵B 01 F 7/02
B 29 B 7/48
7/84

識別記号

C

庁内整理番号

7224-4G
7729-4F
7729-4F※

⑬ 公開 平成3年(1991)4月11日

審査請求 未請求 請求項の数 7 (全6頁)

⑭ 発明の名称 高粘度物質の連続処理装置

⑯ 特 願 平1-221506

⑰ 出 願 平1(1989)8月30日

⑱ 発 明 者 小 田 親 生 茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内

⑲ 発 明 者 中 元 英 和 茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内

⑳ 発 明 者 仲 里 則 男 茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内

㉑ 発 明 者 木 下 高 年 山口県下松市大字東豊井794番地 株式会社日立製作所笠戸工場内

㉒ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

㉓ 代 理 人 弁理士 小川 勝男 外1名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

高粘度物質の連続処理装置

2. 特許請求の範囲

1. 一端に液の入口、他端に液の出口を持つ中空筒状容器の長手方向に2本の回転攪拌具を具備する装置において、

前記液入口側に複数個の格子状の枠を連結した2本の攪拌翼を取付け、並設した格子状の枠の先端が他方の攪拌翼の回転中心近傍を通過するように保持し、それぞれの攪拌翼の液の出口側にらせん翼を有するスクリュウを取り付け、一方のらせん翼の先端が他方のスクリュウの溝部に近接させて保持し、互いにかみ合うように回転させ、格子状の攪拌翼の上部とスクリュウの上部とのそれぞれに空間部を設け、この空間部の上部に揮発物の出口ノズルを設けたことを特徴とする高粘度物質の連続処理装置。

2. 前記2本の攪拌翼の液入口側に、互いにかみ合うスクリュウを接続し、このスクリュウの上

面に液の入口部を設けたことを特徴とする請求項第1項記載の高粘度物質の連続処理装置。

3. 前記格子状の攪拌翼の上部とスクリュウ部の上部とのそれぞれに1個又は複数個の空間部を設け、それぞれの空間部の相互間に攪拌翼又はスクリュウと本体内壁との間の隙間の小さい部分を設けて仕切り、それぞれの空間部に揮発物の出口ノズルを設けたことを特徴とする請求項第1項記載の高粘度物質の連続処理装置。

4. 前記格子状の攪拌翼とスクリュウとの本体外側端部の一方又は両方に中空回転軸を連結してこの回転軸に流体を流入排出するためのロータリージョイントを設け、格子状の攪拌翼とスクリュウとを中空として内部に流体を流通させるように構成したことを特徴とする請求項第1項記載の高粘度物質の連続処理装置。

5. 前記液入口側に2本の回転軸を持ち、この回転軸に複数個の環状の支持板を設け、この環状の支持板の先端に掻き取り板を固定した攪拌翼を設け、一方の攪拌翼の掻き取り板の先端が、

他方の攪拌翼の回転軸近傍を通過して回転するように本体に保持し、この2本の攪拌翼の液出口側をそれぞれスクリュウに連結したことを特徴とする請求項第1項記載の高粘度物質の連続処理装置。

6. 上記請求項第1項ないし第5項記載の装置を用い、低粘度域および高粘度域でそれぞれ最適な滞留時間と表面更新性能とを与えたことを特徴とする重縮合系高分子、ポリエチレンテレフタレート、ポリアミド、ポリアセタール、ポリカーボネートの重合方法。
7. 上記請求項第1項ないし第5項記載の装置を用い、液入口側の攪拌翼を備えた部分で比較的低い粘度域の重合反応を進め、液出口側のスクリュウを備えた部分で高粘度となる脱モノマ操作を行うことを特徴とするスチレン系高分子の重合方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は高粘度液の連続処理装置に係り、特に

場合、重合反応に必要な滞留時間を与えることができなかった。

〔発明が解決しようとする課題〕

上記従来技術は、被処理液のホールドアップを所定量まで増加させて、重合反応等に必要な滞留時間を所定値まで増加させ、さらに中程度の粘度から超高粘度まで処理する点について配慮がされておらず、スクリュウタイプのもので滞留時間を長くしようとした場合、スクリュウが長大となる点に欠点があった。

本発明の目的は、比較的粘度の低い入口側に、格子状の攪拌翼を取り付けて、ホールドアップを所定量まで増加させると同時に揮発物等の脱気を促進させ、この間に重合反応を促進させて高粘度となった液を強制的に液が送れるスクリュウ部に移動させることにより、全体の滞留時間を所定値まで長くできるようにするものである。

〔課題を解決するための手段〕

上記目的を達成するために、比較的粘度の低い入口側に格子状の攪拌翼を取り付けて、互いにか

み合うように回転させて混合を行ない、ホールドアップの所定量までの増加と揮発等の脱気を促進させ、高粘度となる出口側は、スクリュウを取りつけてかみ合うように回転させ、液を強制的に送る間に揮発物の脱気を行い、全体の滞留時間を所定値まで長くできるようにしたもののである。これにより、スクリュウを長大とすることなく滞留時間を所定値まで増加できる。

〔従来の技術〕

従来の装置は、特開昭58-104622号公報に記載のように、2軸のスクリュウをかみ合せて回転させ、このスクリュウの溝内に熱可塑性樹脂等の高粘度液を充填させて混合移送し、途中のベント部で、揮発物を除くものであった。

一方、高ホールドアップ形の従来装置は、特開昭62-112624号公報に記載のように、攪拌翼を互いにかみ合うように回転させて攪拌し、長時間の滞留時間を保って所定の粘度までの処理を行うものであった。しかしこのような高ホールドアップ形の装置は、滞留時間の比較的短い処理はできず、さらに高粘度処理にも限界があった。

また、先に述べた2軸のスクリュウをかみ合せたものは、高粘度処理に通しているが、スクリュウの溝部分のみに被処理液を保持するのでホールドアップが小さく、滞留時間が短い。このため、中程度の被処理を超高粘度まで重合しようとした

み合うように回転させて混合を行ない、ホールドアップの所定量までの増加と揮発等の脱気を促進させ、高粘度となる出口側は、スクリュウを取りつけてかみ合うように回転させ、液を強制的に送る間に揮発物の脱気を行い、全体の滞留時間を所定値まで長くできるようにしたもののである。これにより、スクリュウを長大とすることなく滞留時間を所定値まで増加できる。

〔作用〕

入口側に設けた格子状の攪拌翼は互いにかみ合いながら回転して低～中粘度液を効率良く攪拌し表面更新を行って揮発物を十分除去できる。そして、さらに粘度の高くなった高粘度液が引き続いて2軸スクリュウ部へ送られて混合され脱気処理が行われるので、低粘度から高粘度までの広範囲に粘度変化する液を所定の滞留時間を保って処理できる。

〔実施例〕

以下、本発明の一実施例を第1図ないし第3図により説明する。第1図は正面断面図を、第2図、

第3図はそれぞれ、第1図のⅡ-Ⅱ線断面図およびⅢ-Ⅲ線断面図を示す。図において、1は横形の高粘度物質連続処理装置の本体で、外周を加熱又は冷却用のジャケットあるいは電気ヒーター（図示せず）で覆われている。2は格子状の枠を連結した攪拌翼で、本体1の液入口寄りに並設され、一方の格子状の枠の先端が他方の攪拌翼の回転中心近くを通過し、かつ本体1内腔に近接するように保持されている。3はらせん翼を持ったスクリュウで、一方のらせん翼の先端3aが他方のスクリュウの溝部3bに近接し、かつ、本体1内腔に近接して互いにかみ合うように本体1の液出口寄りに保持され、本体1内中央近くで攪拌翼2に接続している。4は回転軸で、攪拌翼2の液入口側に取り付けられ、本体1内の液入口側壁面にはめ込まれて、攪拌翼2を保持する。5は被処理液の入口ノズルで、本体1の攪拌翼2側の下端に取り付けられ、6は被処理液の出口ノズルで本体1のスクリュウ3側の下端に取り付けられている。7、8はそれぞれ揮発物の出口ノズルで、攪拌翼

2により本体1外腔を通して行われる。そして反応により生成するエチレングリコール等の揮発物は、本体1内空間部9を通して出口ノズル7より系外に取り出される。このようにして被処理液は攪拌翼2の格子状の枠内空間に保たれながら攪拌作用を受けるので、反応に必要な所定量の滞留時間が確保され、重合反応が促進し、粘度が高められながら、第1図の左から右へ順次移動する。そして、高粘度となった被処理液は、スクリュウ3の液入口側に到達し、スクリュウ3にかみ込まれて本体1中央の絞り部1aを通り第1図の右方向へ移動する。ここで、被処理液はスクリュウ3の移送作用と互いにかみ合って攪拌する表面更新作用により、液出口方向と送られる間に揮発物が被処理液表面から蒸発分離し、本体1内空間部10を通して出口ノズル8より系外へ取り出される。このようにして超高粘度となった被処理液はスクリュウ3により本体1の液出口側（第1図の右端側）に送られ、出口ノズル8より製品として系外に取り出される。

2の上部の本体1内の空間部9の上部および、スクリュウ3の上部の本体1内の空間部10の上部に設けられている。そしてこの揮発物出口ノズル7、8は、揮発物捕集装置（図示せず）を経由して減圧装置（図示せず）に配管接続される。一方、2本のスクリュウ3は、それぞれ駆動装置（図示せず）に接続され、液を内側で持ち上げ外側で押し込む方向に互いに逆回転する。

なお、本実施例では、本体1内の空間部9および10は、本体1中央の絞り部1aにより二つに仕切られているので、それぞれ異なる真空圧力で揮発物を蒸発させることができる。

このような装置において、高粘度液を攪拌、混練し、重合反応を行わせる場合の本発明の作用、効果について説明する。例えば、本装置でポリエチレンテレフタレートの重合を行う場合、入口ノズル5から低粘度の中間重合物を供給し、まず本体1内の攪拌翼2の回転により攪拌される。被処理液の反応温度を所定値に保つための加熱又は除熱は、本体1外周に設けたジャケット（図示せ

このようにして本実施例では、粘度の低い反応域では高ホールドアップ形の攪拌翼2により必要な反応時間を確保しながら反応を進めることができ、粘度が高い反応域では、液の強力な移送ができ、強制的な表面更新が与えられる低ホールドアップ形のスクリュウ3により反応を進めることができる。

なお、上記のようなポリエチレンテレフタレートの重合反応の操作条件は、触媒や定着剤の種類によっても異なるが、一般的に温度260～300℃、圧力10～1000Paである。

本発明の推奨される実施例によれば、第4図に示すように、2本の攪拌翼2の液入口側に、互いにかみ合う供給スクリュウ11を接続し、この供給スクリュウ11の側面上部に液の入口ノズル5を取りつけたものがある。本実施例によれば、供給スクリュウ11で被処理液を所定流量で供給でき、本体1外部と攪拌翼2上部の空間部9との間を被処理液をスクリュウ溝内に充填させてシールし、空間部9の減圧を安定して保つことができる。

本発明の他の実施例によれば、第5図に示すように、格子状の攪拌翼2を二つの攪拌翼2aおよび2bに分割し、これらの翼2a、2bの間を互いにかみ合う中間スクリュウ12で連結し、それぞれの翼2a、2bの上部に空間部9a、9bを形成し、揮発物出口ノズル7a、7bを取りつけ、さらに液出口側のスクリュウ3の上部にも二つの空間部10a、10bと揮発物出口ノズル8a、8bを設けたものである。本実施例によれば、重縮合反応により生成する揮発物の量が反応の進行と共に減少し、一方被処理物が反応の進行により高粘度化するのに見合って、各空間部9a、9b、10a、10bの圧力を順次下げて運転できる。

本発明のさらに他の実施例によれば、第6図に示すように、スクリュウ3の本体1外側端部に2重管の中空回転軸13を連結し、この中空回転軸13の端部に流体の流入口14および排出口15を持つロータリージョイント16を取りつけ、格子状の攪拌翼2を中空とし、スクリュウ3とを中空2重管として内部に流体を流せるようにしたものである。

備えた高ホールドアップ域で反応に必要な滞留時間が確保でき、液出口側のスクリュウを備えた低ホールドアップ域で脱モノマ操作に必要な、高粘度液での表面更新が得られるので、ステレン系高分子の塊状重合に最適であり、中間重合物の重合反応処理と重合完了後の脱モノマ、脱溶縮処理を一つの装置で行うことができる。

また、入口側の2軸スクリュウにて被処理液が供給できるので、本体内部空間部の減圧を安定して保つことができる。

さらに、本体内部の空間部が複数個に分割できるので、各空間部の圧力が最適にでき、生産効率が高められる。

さらに、攪拌翼およびスクリュウ内部から加熱又は冷却ができるので、被処理物が最適な温度条件で処理できる。

さらに、低粘度域と高粘度域とでそれぞれ最適な滞留時間と表面更新性能が与えられるので、重縮合等高分子の重合速度が高められる。

さらに、入口側の高ホールドアップ域で塊状重

本実施例によれば、攪拌翼2およびスクリュウ3の表面から被処理物が直接、加熱又は冷却でき、攪拌中の被処理物の温度調節が容易となる。

本発明のさらに他の実施例によれば、第7図、第8図に示すように、格子状の攪拌翼2の代りに回転軸17を持つまゆ玉状の攪拌翼18をスクリュウ3に連結して取り付けたものである。本実施例の攪拌翼18はまゆ玉状の板18aの先端にかき取り板18bを取り付けて、翼18が互いにかみ合い、かつ本体1内壁をかき取って被処理液のホールドアップをある程度確保しながら槽内をくまなく攪拌でき、表面更新が行えるものであり、広い粘度範囲の攪拌処理に有利である。

以上のように本実施例によれば、低粘度域および高粘度域でそれぞれ最適な滞留時間と表面更新性能が与えられるので、ポリエチレンテレフタレート、ポリアミド、ポリアセタール、ポリカーボネート等の重縮合系高分子の重合速度が高められ、高分子量の重合物を得ることができる。

また、本実施例によれば、液入口側の攪拌翼を

合反応を進め、出口側のスクリュウ部で脱モノマ操作を行うことにより、ステレン系高分子の重合と脱モノマを一つの装置で行うことができる。

〔発明の効果〕

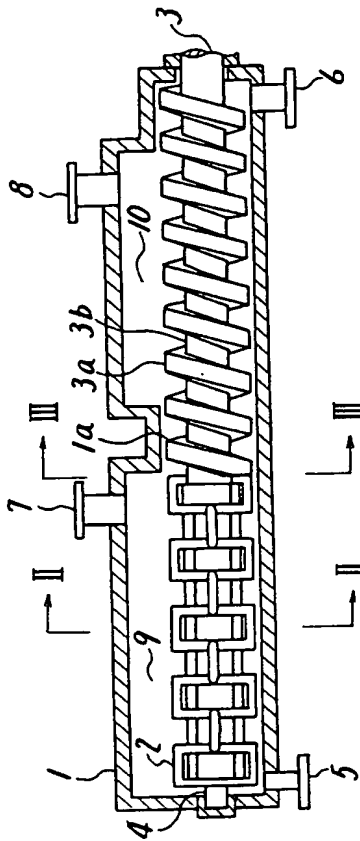
本発明によれば、被処理液の粘度の低い入口側でホールドアップが増加でき所定の滞留時間が確保でき、粘度の高い出口側では高粘度に適したスクリュウで攪拌処理ができるので、粘度変化の大きい重合反応物等を効率的に生産できる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例の高粘度物質の連続処理装置の正面断面図、第2図、第3図はそれぞれ第1図のI—I線断面図およびII-II線断面図、第4図ないし第8図はそれぞれ本発明の他の実施例の詳細説明図である。

1……本体、2……攪拌翼、3……スクリュウ、5……入口ノズル、6……出口ノズル、7、8……揮発物出口ノズル、9、10……空間部、11……供給スクリュウ、12……中間スクリュウ、13……中空回転軸

図1



- 1.....本体
 2.....攪拌具
 3.....スクリーン
 5.....入口ノズル
 6.....出口ノズル
 7, 8.....揮発物出口ノズル
 9, 10.....空間部

図2

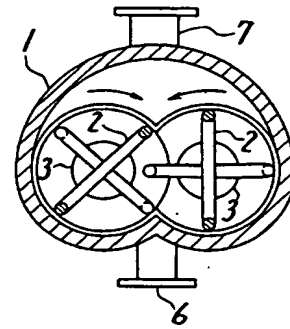


図3

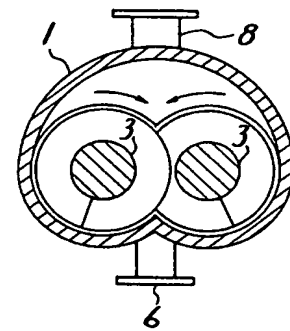
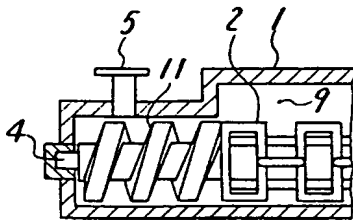


図4



11.....供給スクリュー

図6

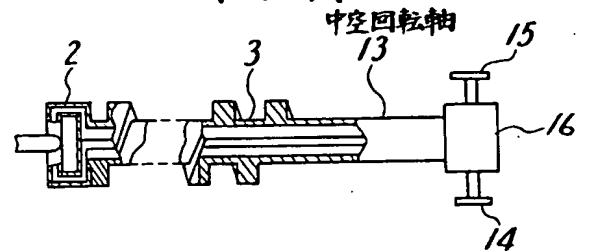


図7

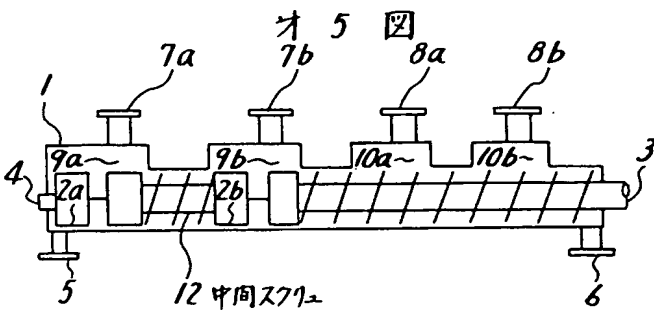
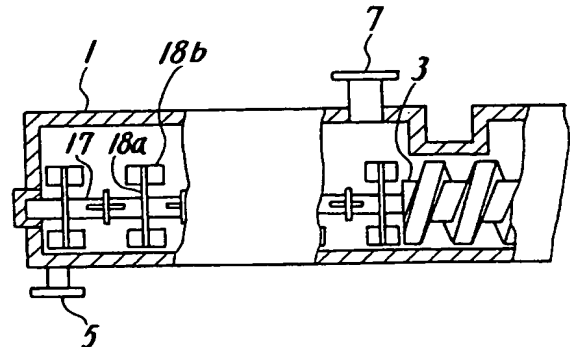
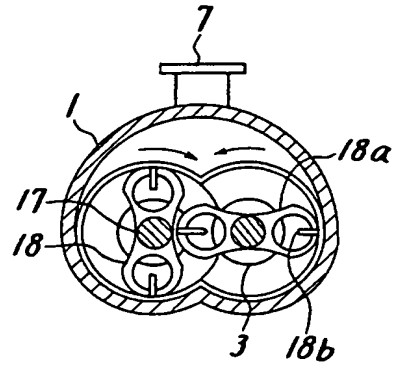


図 8



第 1 頁の続き

⑤Int. Cl.⁵

C 08 G 85/00

識別記号

NVC

庁内整理番号

7142-4J

⑦発 明 者 井 原 一 夫

山口県下松市大字東豊井794番地 株式会社日立製作所笠戸工場内

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**